

<報文>鉄鉱石類の還元強度試験法に関する研究(第1報) : 焼結鉱の還元強度試験

著者	照井 敏勝, 高橋 礼二郎, 八木 順一郎, 大森 康男
雑誌名	東北大学選鉱製錬研究所彙報 = Bulletin of the Research Institute of Mineral Dressing and Metallurgy, Tohoku University
巻	29
号	1
ページ	37-49
発行年	1973-11-24
URL	http://hdl.handle.net/10097/32672

鉄鉱石類の還元強度試験法に関する研究（第1報）

焼結鉄の還元強度試験

照井 敏勝* 高橋礼二郎* 八木順一郎* 大森 康男*

Investigation on the Test Methods for Reduction Strength of Iron Ores (I) Test of Reduction Strength of Sinter. By Toshikatsu TERUI, Reijiro TAKAHASHI, Jun-ichiro YAGI and Yasuo OMORI.

An experimental apparatus, a modification of the Linder's apparatus, was designed and constructed for measuring the reduction strength of iron ores at room and elevated temperatures. The reduction strength could be measured by this apparatus under the controlled oxygen potential of the gas. Also the reduction of the sample and rotation of the reaction tube could be conducted separately without intermission.

Isothermal test, heating-up test and heating-up test with rotation of reaction tube were carried out for measuring the reduction strength of sinter. On the basis of the experimental results testing methods and testing conditions were examined.

The major conclusions are summarized as below.

For the isothermal test of reduction strength:

- 1) Remarkable decrease in reduction strength was found in the reduction stage from hematite to magnetite at low temperature (500–550°C).
- 2) Reduction strength of the sinter reduced at low temperature was risen again by holding it at high temperature (750°C).
- 3) Reduction strength decreased as the reduction proceeded.
- 4) Use of H_2 - H_2O gas as reductant gave similar decrease in reduction strength of the sinter as that for CO - CO_2 gas.

For the heating-up test of reduction strength:

- 5) For constant rate of heating-up, heating-up to higher temperature showed lower reduction strength.
- 6) For heating-up to a specified temperature, lower rate of heating-up gave lower reduction strength.

For the heating-up test with rotation of reaction tube:

- 7) Reduction strength obtained by this test agreed well with that obtained by the isothermal test at low temperature.

It was concluded from the results stated above that the isothermal test at low temperature was found to be a most appropriate test for the strength control of iron ore sinter in a sintering process or for the comparison of the strength among different brands of the iron ores, because of better reproducibility, better detectability and better operational efficiency. On the other hand, the heating-up test was found better for elucidating the behaviour of the sinter in a blast furnace. In addition, the testing apparatus developed by us was found to have an excellent performance for determining the reduction strength of sinter.

(Received June 14, 1973)

1. 緒 言

高炉の操業成績は最近急速に向上しているが、これは装入物の性状改善、操業技術の進歩および計算機制御の実現に負うところが大きい。なかでも装入物の性状改善は高炉の安定操業の維持、高出鉄ならびに低コークス比達成のために主要な役割を果しており、今後、さらに研究が進められる

ことが期待されている。高炉操業において重要な装入物の性状として、鉄鉱石類の反応性と強度があげられるが、ここでは、従来、比較的研究が遅れている鉄鉱石類の還元強度に着目し、高温における還元強度試験を実施した。

さて、鉄鉱石類の還元強度に関する研究を大別すると、高炉内における装入物の挙動、良質塊成鉱の製造、品質評価法の三項目に分類することができる。

第1の項目に該当する研究にはつぎのようなものがある。すなわち、鉄鉱石類の物理性状のうち還元粉化、ふくれ、荷重崩壊、などが原因になり、高炉シャフト部でおこる装入物の細粒化がシャフト部における通気抵抗の増大およびガス流れの不均一をひきおこし、高炉の生産速度やコークス比ならびに安定操業に悪影響をもたらす。この悪影響を実操業において解決していく方法を検討した研究がこの項目に入る。従来、この目的に沿って行なわれた研究の結果によると、通気抵抗の低下には高圧操業¹⁾を採用し、ガスの流速を減少させることが効果的であり、ガス流れの均一性を得るためには、装入物の整粒強化²⁾ならびに装入方法の改善³⁾が有効である。

第2の目的は鉄鉱石類の還元粉化の本質を解明することによって、高炉操業に適した性状を有する塊成鉱を製造することである。これに関連した研究としては、石光と菅原⁴⁾は焼結鉱の還元粉化は不安定ヘマタイトがマグネタイトに還元される際におこることを指摘した。また小嶋ら⁵⁾、近藤ら⁶⁾、はさらに追求し焼結過程で晶出する菱形ヘマタイトが還元される時に粉化がおこることを報告している。これらの結果は焼結鉱の製造過程を検討することによりさらにすぐれた塊成鉱を製造できることを意味している。

第3の目的は炉外における鉱石の品質の評価に関するものであり、我国においては鉄鉱石類はほとんど輸入されているため、その品質の評価法ならびに高炉装入物である塊成鉱の日常の品質管理を目的とした迅速かつ再現性の良い評価法の開発が上げられる。

現在 ISO (International Organization for Standardization) 鉄鉱石物理試験専門委員会では鉄鉱石類の還元強度の測定法を国際的に統一する努力をはらっているが、これは第3の目的に合致している。

上記の三つの目的は最終的には高炉の操業に最適な塊成鉱を作り、最適な操業を行なうことに結びつけられるべきである。

ここでは上述の第3番目の目的に沿って、炉外で鉱石の強度を判定する方法について検討した。

この方法には、従来、等温還元試験法⁷⁾⁸⁾*と昇温回転還元試験法⁹⁾が考えられているが、ここでは両試験法および昇温還元試験法*によって焼結鉱の還元強度を実測し相互に比較する。また、試験条件としては零囲気の酸素ポテンシャルを制御し、金属鉄が表面に生成しない状態における中間生成物の強度に及ぼす効果に重点をおき、その他、温度、還元率、還元ガスの種類、昇温速度、昇温到達温度、荷重などの影響も調べた。

酸素ポテンシャルの制御は工業的な還元強度試験に理論的な裏付けをするために有益である。なお、本研究において還元処理と強度測定を分離したこと及び所定の温度で強度を測定する点は新しい試みである。

1) T. Yatsuzuka, Y. Yamada, and A. Tayama: *Blast Furnace Technology Science and Practice* by J. Szekely Marcel Deffer, Inc., New York (1972), 85.

2) 城本義光, 金山有治, 奥野嘉雄, 磯山 正: 鉄と鋼, **57** (1971), 1606.

3) 原田幸一, 佐藤憲一, 羽田野道春, 福田充一郎: 鉄と鋼, **58** (1972), S356.

4) 石光章利, 菅原欣一: 鉄と鋼, **57** (1971), S16.

5) 小嶋鴻次郎, 永野恭一, 稲角忠弘, 品田功一: 鉄と鋼, **57** (1971), S17.

6) 近藤真一, 佐々木稔, 中沢孝夫, 榎戸恒夫: 鉄と鋼, **57** (1971), S16.

7) P. Lecomte and R. Vidal: C.R.M., No 26 (1971), 5.

8) 神原健二郎, 藤田慶喜, 沖川幸生: 富士製鉄技報, **159** (1958), 233.

9) R. Linder: J. Iron and Steel Inst., **159** (1958), 233.

* 等温還元試験および昇温還元試験においては還元反応は試料を固定層の状態にして行なわせる。

2. 試料および試験装置

鉄鉱石類の還元強度を評価する場合、試料は母集団の物理的および化学的性質を代表していなければならない。したがって、試料のサンプリング方法が重要な問題となってくる。他方、高炉内において装入物がうける外的条件が還元強度試験に反映されるような試験装置の作製ならびに試験条件の選定が必要である。本研究においては、試料のサンプリングについては焼結鉱の還元反応速度を測定した場合¹⁰⁾に採用した方法に準じて行なった。試験装置についてはできるだけ広範囲な試験条件が採用できるように工夫した。

2.1 試料

本研究において、還元強度の測定に使用した焼結鉱は新日本製鉄（株）広畑製鉄所より提供された工業用焼結鉱（DL式1号焼結機製）であり、その化学組成を第1表に示した。なおこの焼結鉱の塩基度は1.46である。試料のサンプリングは前報に準じ¹⁰⁾、第1図に示す方法を用いた。すなわち、約300kgの試料をふるいにかけて-13mmの粒度の焼結鉱は捨て、+13mmから-18mmのものを集め、+18mmの粒度の焼結鉱はロールクラッシャーで破碎し、さらにふるいにかけた。上記の方法をくりかえして集めた+13~-18mmの焼結鉱を4分法により1回の試験に必要な2kgづつに分け還元強度測定用の試料として使用した。

第1表 焼結鉱の化学組成

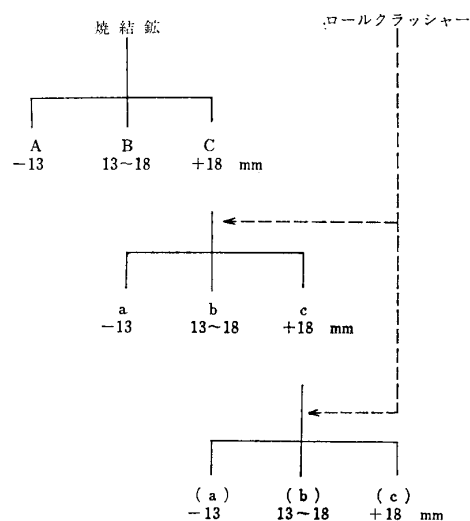
化学組成	T・Fe	FeO	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MgO	S
wt %	56.61	10.19	6.42	9.42	1.86	0.66	0.02

2.2 試験装置

塊鉄石の還元強度を測定するための装置として Linder⁹⁾は還元反応を行なわせながら反応管を回転させ、試料に機械的な力を加えることのできる装置を作製した。しかし、この装置では試料は反応管いっぱいにつめ込むことが不可能であり、試料は反応管底部にたまり、還元ガスは試料の上部にできる空間を通りぬけることになる。したがって、ガスと試料との接触は不十分であり還元反応の進行が著しく遅れる。

本研究においては内径130mmφ、長さ200mmの反応部を有する Linder 式反応管を改良し、第2図に示すようにストッパーと4枚の羽根（高さ21mm 厚さ6mm）をとりつけた反応管を考案した。この反応管は高温および常温回転強度が測定できるように回転駆動部を有する横型2つ割り式電気炉内に設置した。還元反応を行なわせる場合には試料をストッパーで押し全反応管容積の1/2の容積を持つ横型の固定層にし、一定時間還元ガスを流し試料を還元する。還元後ストッパーをとりはずし所定の温度で（還元後常温回転強度を測定する場合は室温に冷却した後）反応管を回転させ還元強度*を測定した。

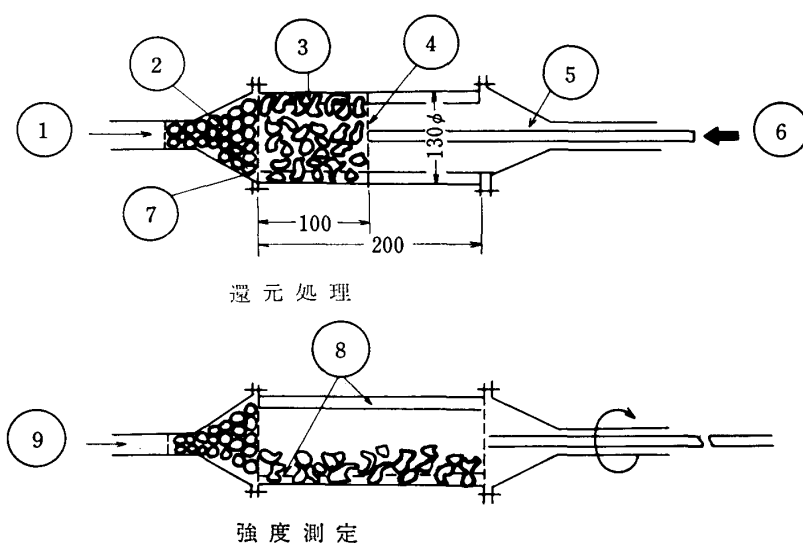
このように還元処理と強度測定を分離することによって還元反応の進行を促進し、試験時間の短



第1図 サンプリング系統図
B+b+(b)=試料

10) 嶋村鉄郎, 照井敏勝, 大森康男, 三本木貢治: 選研彙, **27** (1971), 91.

* 本研究において測定した還元強度はすべて回転強度である。



第2図 試験装置

①還元ガス, ②アルミナ球, ③試料, ④多孔板, ⑤荷重棒, ⑥荷重, ⑦多孔板,
⑧羽根, ⑨N₂ ガス

縮と還元ガス量の節約を計った。また、反応管内部にとりつけた4枚の羽根は反応管を回転させる際試料に加える攪拌力を増強させる効果がある。

3. 試験条件

3.1 還元条件

(1) 等温還元試験

焼結鉱の還元過程において、還元反応は $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$ のように三段階の化学的変化過程を通るので焼結鉱の還元強度はこれら各相の強度によって強く影響される。したがって、これら各相の強度を測定するため、 Fe_3O_4 , FeO , Fe が安定に存在する条件を温度と還元ガスの酸素ポテンシャルを適当に組み合わせることによって選定し、第2表に示すような等温還元試験条件を定めた。第2表に示した試験条件における温度とガス組成の関係を Fe-C-O 系平衡状態図に示したのが第3図である。なお、ガスの流量は 30 Nl/min で一定にした。

(2) 昇温還元試験

焼結鉱は高炉に装入された場合、熱的には徐々に加熱昇温される条件下におかれる。したがって、高炉における滞留時間と強度の関係に相当する昇温速度が強度に及ぼす影響を調べる必要があり、また、高炉内の各位置における通気抵抗を予知するには到達温度と焼結鉱の細粒化の関係を知らなければならない。高炉に装入された焼結鉱は約 300°C/hr の昇温速度で加熱される。したがって、ここでは、昇温到達温度を 750°C で一定にし、昇温速度は $150, 300, 420^\circ\text{C/hr}$ の三種類にとり昇温速度の影響を測定した。

到達温度が強度に及ぼす影響の測定には昇温速度が 420°C/hr で一定にし、昇温到達温度が $600, 650, 750, 850^\circ\text{C}$ の場合における還元強度を測定した。

これら一連の試験においてはガス組成を第3表に示すように温度と共に変化させた。このガス組成は等温還元試験条件に準じて選び、表面に金属鉄が生成しないように、低温域では Fe_3O_4 、高温域では FeO がそれぞれ安定な領域内で還元速度ができるだけ高くなるようにガスの酸素ポテンシャルを還元温度にそって三段階変化させた。なお、ガスの流量は 30 Nl/min である。

(3) 昇温回転還元試験(修正リンダー法)

高炉内に装入された鉄鉱石類はガスによる加熱昇温と還元および荷重、摩擦等による機械的破壊

第2表 等温還元強度試験の還元条件

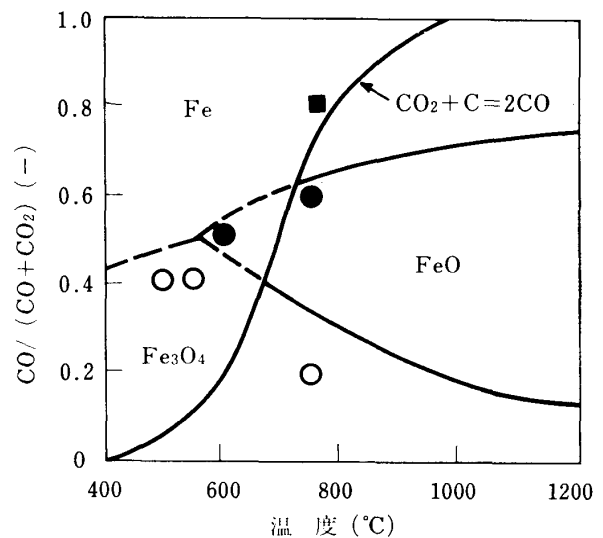
測定番号	安 定 相	還元温度 (°C)	CO/CO ₂	還元時間 (min)	還 元 率 (%)	強度測定 温度	荷 重 (kg/cm ²)
①	Fe ₃ O ₄	500	40/60	90	2.5	室 温	—
②		550		20	0.5		
③				60	2.6		
④				90	2.8		
⑤				60	3.1	550°C	1.0
⑥					2.6		
⑦		550			2.5	750°C	
⑧	FeO	750	20/80	40	2.0	室 温	—
⑨		600	50/50	80	5.8		
⑩		750	60/40	40	6.6		
⑪				90	12.4		
⑫				180	18.7		
⑬				40	6.6	750°C	1.0
⑭					6.7		
⑮	Fe		80/20		36.0	室 温	—

ガス流量 : 30 Nl/min

を同時にうける。したがって、鉄鉱石類の品質を評価するには高炉内における場合と同様の条件で還元強度試験を行なう必要があるという観点から、加熱昇温と還元処理ならびに機械的破壊を同時に行なう昇温回転還元試験が Linder⁹⁾によって提唱されている。Linder は反応管内に羽根を付けていなかったが、本研究においては4枚の羽根をとり付けたので反応管の回転によって試料を細粒化する効果は大きくなっている。試験条件は Linder が使用した条件と同じであり第4表に示した。なお、昇温到達温度は750°Cである。

3.2 回転強度の測定法

高炉内での装入物の性状を知るためには、本来、回転強度の測定は高温で行なわれなければならない。しかしながら、従来、回転強度は室温で測定されるのが普通であった。両者の関係を知るため、同一条件で還元処理後、所定の温度で回転強度を測定する高温回転強度と室温まで空冷した後回転強度を測定する常温回転強度の測定を行なった。その結果を第4図に示した。回転は30 r. p. m の速度で10分間行なった。なお、還元処理後還元ガスはただちにN₂ガスに切りかえられ、試料は室温に冷却されるまでN₂気流中に保持されているので還元率は同一である。第4図から細



第3図 等温還元試験のガス組成と温度の関係
(○●■はそれぞれ Fe₃O₄, FeO, Fe の各段階への還元を示す)

第3表 昇温還元試験の還元条件

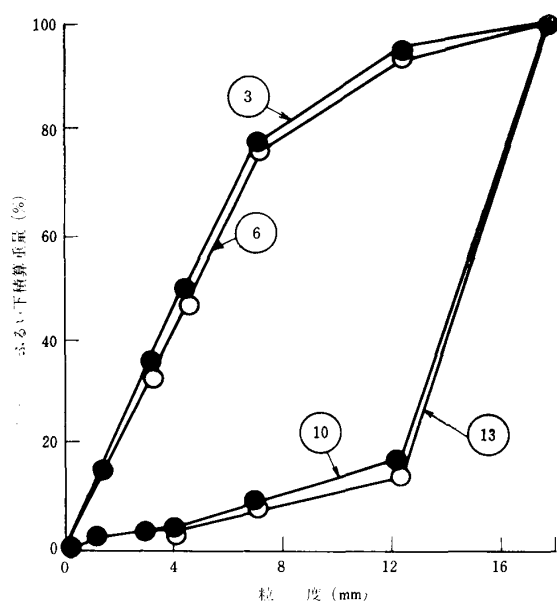
測定番号	昇温速度 (°C/hr)	到達温度 (°C)	還元率 (%)	ガス組成 CO/CO ₂ 比
⑬	420	600	0.5	40/60 (0~550°C)
⑭		650	1.4	
⑮		750	6.0	50/50 (550~650°C)
⑯		850	10.8	
⑰	300	750	6.5	60/40 (650~850°C)
⑱	150		9.3	

ガス流量 : 30 Nl/min

第4表 昇温回転還元試験の試験条件

測定番号	温度 (°C)	昇温速度 (°C/hr)	ガス組成			ガス流量 (Nl/min)	反応管 回転速度 (r. p. m)
			CO	CO ₂	N ₂		
⑳	0~700	300	30	10	60	15	30
	700~750	150	35	5	60		

到達還元率 : 19.2%



第4図 高温回転強度と常温回転強度の比較

● : 常温回転強度, ○ : 高温回転強度

粒化が激しく起る場合でも, 逆にあまり起らない場合でも, 常温回転強度と高温回転強度にほとんど差がないので本研究においては常温回転強度の測定を行なうことにした。

3.3 ふるい分け方法

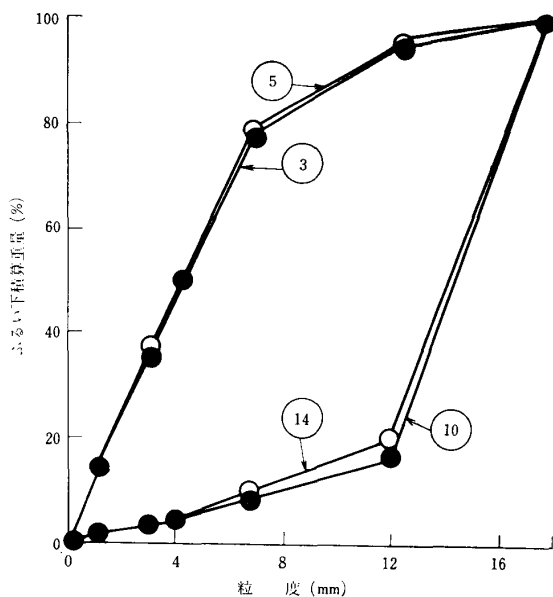
還元処理および反応管の回転による試料の破壊を行なった後, 反応管から試料をとり出し, ふるいによって粒度分布を測定した。得られたふるい下積算重量分布は回転還元強度に対応しているので, 本研究においてはふるい下積算重量分布を示すことによって回転還元強度を示した。粒度分布の測定には JIS Z 8801 (1965) に定められているふるい目のうち, 目開き 1.00, 2.83, 4.00, 6.75, 12.00 mm の5種類を使用し, ロータップを2分間作動させてふるい分けた。ロータップの作動時間については2分および5分間で粒度分布を測定したところ, ほとんど差がみとめられなかったので2分間の作動時間を採用した。

3.4 還元条件に対する予備試験

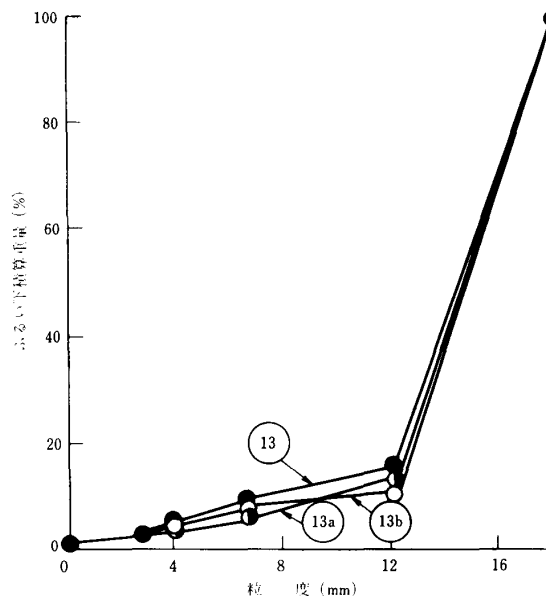
(1) 荷重が回転強度に及ぼす影響

高炉内では装入物は降下するにしがって荷重を受けるので, 荷重と回転強度の関係を知る必要がある。

装入物にかかる荷重は装入物の充填率とみかけ密度から推定するとシャフト部では 1kg/cm^2 を



第5図 荷重が回転強度に及ぼす影響

○：荷重 1.0 kg/cm²，●：無荷重

第6図 還元反応速度が回転強度に及ぼす影響

CO : CO₂ : N₂ 還元率 (%) 還元時間 (min)

13a	30	20	50	7.3	80
13b	15	10	75	4.9	80
13	60	40	0	6.6	40

越すことはない。したがって、ここでは 1.0 kg/cm² 荷重をかけた場合と荷重をかけない場合の試料の回転強度を測定し、結果を第5図に示した。低温域で回転強度がかなり高い場合でも、回転強度に及ぼす荷重の効果はほとんど無視できる。したがって、本研究においては荷重をかけないで還元処理を行ない回転強度を測定することにした。

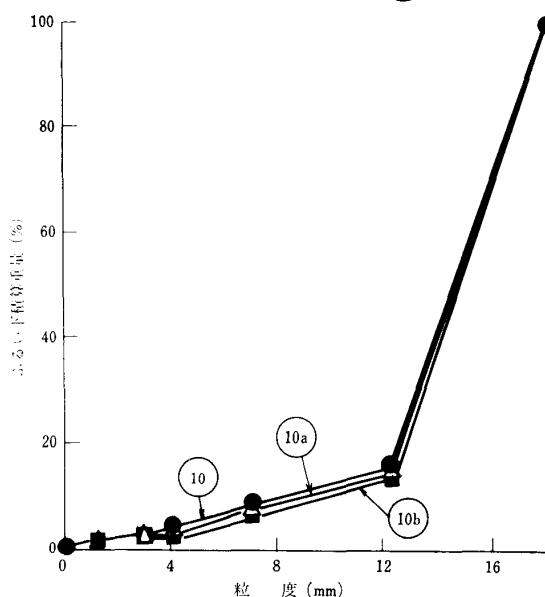
(2) 還元速度が回転強度に及ぼす影響

高炉内を流れるガスは CO-CO₂-N₂ が主成分である。還元反応の推進力は CO/CO₂ 比の値と不活性な N₂ の割合によって決まる。この還元速度が回転還元強度に及ぼす影響を知るため、CO/CO₂ 比を一定にし、N₂ の割合を変化させて FeO 段階まで還元させた場合の回転強度を測定し、比較した。第6図はその結果である。本来還元率一定の条件で比較するべきであるが 13b の場合やや還元率が低くなっている。還元率に多少の差異はあるが、第6図から還元速度は回転強度にはほとんど影響しないことが判ったので、本研究においては試験時間を短縮するため還元ガスには N₂ を混合しないで還元処理を行なうことにした。

(3) 還元後保持時間が回転強度に及ぼす影響

還元後、同一温度に保持しておくことにより、試料に構造上の変化がおこり強度の回復がおこりうるかどうか検討するため、等温試験で還元を行なった後、N₂ 気流中で還元温度と同一温度に試料を種々の時間保持し、その後の回転強度を測定した。

試験条件としては、750°C, CO/CO₂=60/40 で FeO 段階まで還元した後、N₂ 気流中での保持時間を 0, 30, 60 分間の三種類選んだ。測定結果を第7図に示した。



第7図 還元後保持時間が回転強度に及ぼす影響

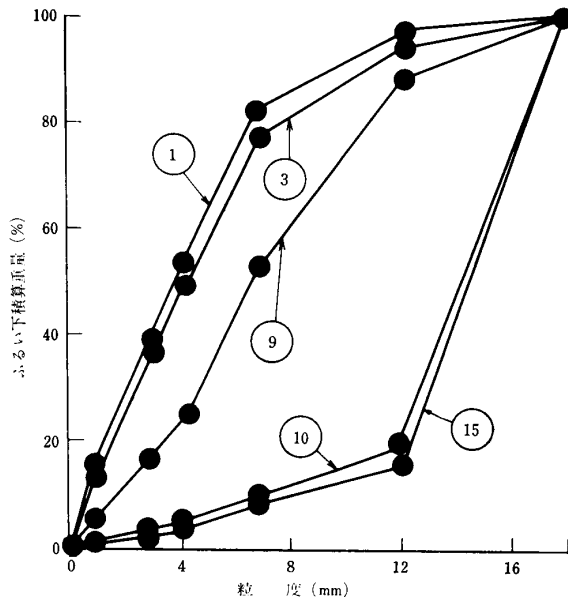
保持時間 (min): 10; 0, 10a; 30, 10b; 60

第7図から保持時間が長くなるにつれて回転強度はわずかながら増加する傾向がみられるが、1時間以内の保持時間ではほとんど同一であるとみてさしつかえない。

4. 等温還元試験結果

4.1 還元段階による回転強度の変化

前述のように酸化鉄の還元反応においては Fe_2O_3 は中間生成物として Fe_3O_4 , FeO の段階をへて金属鉄に還元されるので、各還元段階で回転強度を測定し中間生成物の強度を調べた結果を第8図に示した。

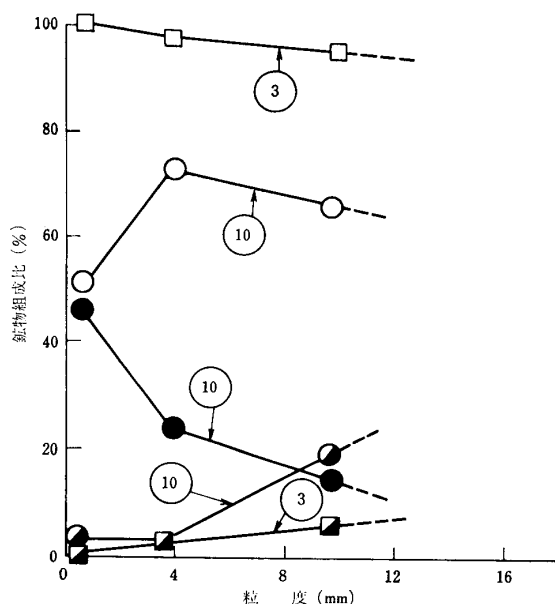


第8図 還元段階による回転強度の比較

①③: マグネタイ段階
⑨⑩: ウスタイト段階
⑮: 金属鉄段階

還元強度の低下は低温域 (① 500°C, ③ 550°C) でヘマタイトからマグネタイトに還元される過程で著しく、高温域 (750°C) におけるウスタイトおよび金属鉄への還元過程では強度の低下は少ない⑩⑮。この現象は高温域の場合、還元に伴う酸化鉄相の結晶変態が低温の場合に比べスムーズに起こり、結晶内の歪の発生が少なく、他方、スラグ結合が焼結鉱の強度を維持するであろうと推察される。また、金属鉄まで還元される場合には試料の外表面に強度の高い金属鉄が生成されるので試料全体の強度を維持することになり、還元強度が高くなる。ウスタイト段階の還元においては温度が 600°C で比較的低い場合⑨には強度はかなり低下している。これは還元率 (5.8%) から見てマグネタイトが相当量生成したためである。

測定番号③と⑩の試料についてX線回折により、粒度別に構成鉄酸化物 (Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeO) を分析した結果を第9図に示した。



第9図 回転強度測定後の粒度と鉱物組成比の関係

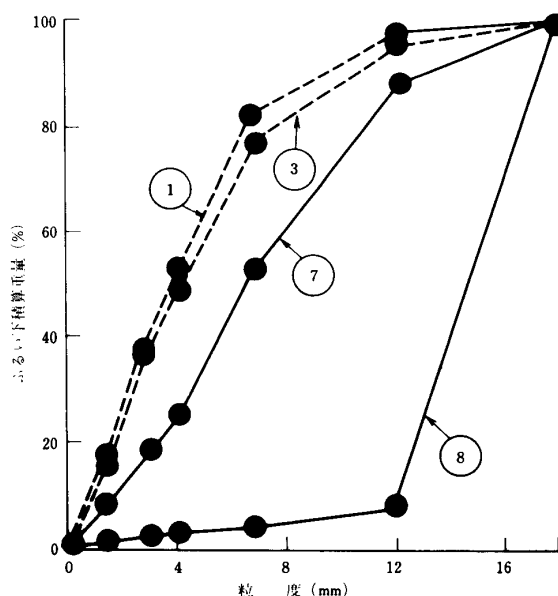
■●: ヘマタイト
□○: マグネタイト
●: ウスタイト

③はマグネタイト段階まで還元した場合であり、粒度が小さくなるに伴いマグネタイトの割合が増加しており、ヘマタイトからマグネタイトへの還元によって強度が著しく低下することが裏付けられる。他方、ウスタイト段階まで還元した⑩の場合は粒度の減少に伴いヘマタイトの割合は減少し、マグネタイトはある粒度まで増加するが、途中から減少している。またウスタイトは粒度の低下とともに増加する。小粒子中にウスタイトが多い原因は、小粒子は比表面積が大きいためマグネタイトからさらに還元が進行しウスタイトが生成されやすいからである。したがって、粒度が極く小さい領域ではマグネタイトの割合が減少している。

4.2 回転強度に及ぼす還元温度の影響および加熱の効果

マグネタイトまでの還元段階で温度を変化させ

た場合の回転強度の測定値を第10図に示した。温度が高くなるに伴い回転強度は高くなる傾向がある。⑦は550°Cでマグネタイトまでの還元段階で60分間還元させた後、N₂ガスに切り替え200°C/hrの昇温速度で750°Cまで昇温し1時間保持した場合の回転強度であるが、550°Cで還元し、その後加熱しなかった場合の回転強度③よりかなり高い強度を示しており、加熱による強度の回復がみられる。この結果から、低温域における還元過程では歪やクラックが生じ強度を低下させるが、高温に加熱することにより酸化鉄の結晶の再配列およびスラグボンドの発達などが起ることが考えられる。⑧は還元温度が750°Cであり、上述の現象が生じるため強度があまり低下しなかったものと推察できる。

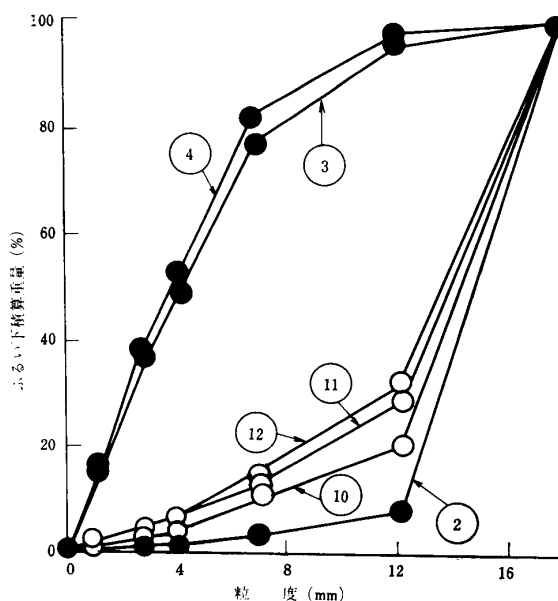


第10図 還元温度の影響および加熱の効果

4.3 還元率が回転強度に及ぼす影響

550°Cでマグネタイトまでの還元段階(②, ③, ④還元率は0.5, 2.6, 2.8%)および750°Cでウスタイトまでの還元段階(⑩, ⑪, ⑫還元率は6.6, 12.4, 18.7%)で還元時間を変化させて種々の還元率における回転強度を測定した。得られた結果を第11図に示した。

低温域で還元段階がマグネタイトまでの場合、還元の進行に伴い急速に強度が低下する。高温域では還元の進行に伴い若干強度の低下がみられるが低温域におけるマグネタイトまでの還元の場合ほど顕著ではない。



第11図 還元率が回転強度に及ぼす影響

● : 550°C CO/CO₂=40/60
○ : 750°C CO/CO₂=60/40

4.4 還元ガスの種類が回転強度に及ぼす影響

ヘマタイトからマグネタイトまでの還元過程における結晶変態が強度低下の主因であるならば還元ガスとしてH₂-H₂O系ガスを使用してもCO-CO₂系ガスの場合と同様に低温域で強度の低下がおこるはずである。この観点から、H₂-H₂O系ガスを使用した場合の還元強度の測定を試みた。

還元ガスのH₂/H₂O比は試験条件の項で示したCO-CO₂系におけるCO-CO₂比の決め方と同様にして決めた。しかし、低温域におけるFe-Fe₃O₄共存下でのH₂-H₂Oの平衡定数の計算にはCO-CO₂での平衡定数¹¹⁾と水性ガス変換反応の平衡定数を組み合わせて推定したが、水性ガス変換反応の平衡定数についてはKubaschewskiら¹²⁾, Elliottら¹³⁾, Gokcen¹⁴⁾の報告があるが、低温

11) L. Darken and R. Gurry: *Physical Chemistry of Metals*, (1953), McGraw-Hill.

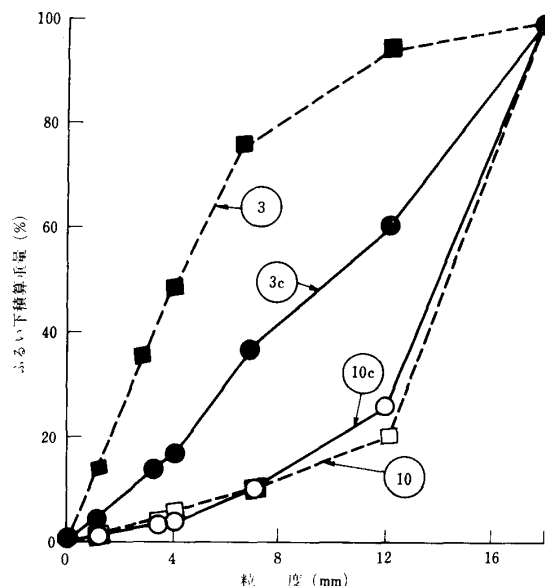
12) O. Kubaschewski, E.L.L. Evans and C.B. Alcock: *Metallurgical Thermochemistry*, 4th ed., (1967), Pergamon Press.

13) J.F. Elliott and M. Gleiser: *Thermochemistry for Steelmaking* (1960) 170, 176, Addison Wesley Inc.

14) N.A. Gokcen: *J. Metals*, 8 (1956), 1558.

域ではばらつきが大きく明確ではない。ここでは、この平衡定数をもっとも小さい値になる Kubaschewski らのデータに基づいて H_2/H_2O 比を算出した。したがって、還元反応の進行速度はもっとも速くなる条件を採用したことになる。

550°C でマグネタイト段階および 750°C でウスタイト段階までの還元処理を Kubaschewski らのデータに基づいて $CO-CO_2$ 系の酸素ポテンシャルに相当する H_2/H_2O 比を決定して H_2-H_2O 系ガスを使用し回転強度を測定した。結果を第 12 図に示した。

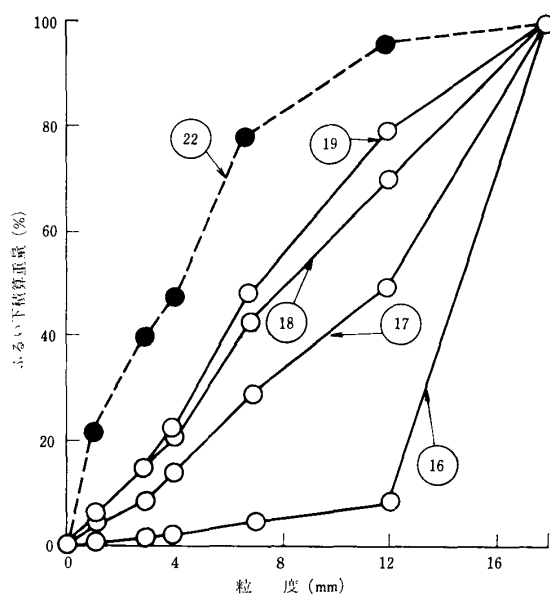


第 12 図 還元ガスの種類が回転強度に及ぼす影響
温度 (°C) H_2/H_2O 還元率 (%) 還元時間 (min)

③c	550	2.34	2.0	60
⑩c	750	1.95	6.6	40

ほとんど同じ還元率になる。したがって、 H_2-H_2O 系ガスを使用することによって還元時間を短縮することはできないことがわかった。

5. 昇温試験結果



第 13 図 昇温到達温度が回転強度に及ぼす影響

同図には比較のため $CO-CO_2$ 系ガスを使用した場合の回転強度も示した。この図から、550°C においては H_2-H_2O 系ガスで還元した場合にも強度の低下がみられることがわかる。還元時間が同一の場合には、 $CO-CO_2$ 系ガスに比べ還元率がやや低くなり、強度の低下も $CO-CO_2$ 系ガスの場合ほど激しくはない。

750°C においては $CO-CO_2$ 系および H_2-H_2O 系ガスを使用した場合の還元率がよく一致しており、回転強度もほとんど同じ値を示している。これらの結果から焼結鉱の還元強度は $CO-CO_2$ 系あるいは H_2-H_2O 系ガスで還元した場合でも同様の傾向を示すことがわかる。しかし、一般には H_2-H_2O 系ガスを使用すると $CO-CO_2$ 系ガスを使用した場合に比べ還元速度はかなり高いといわれているが、この結果によると 550°C では還元の推進力の定め方にやや差異はあるが、 $CO-CO_2$ 系ガスの方が還元が速く進行し、750°C ではほと

5.1 昇温到達温度と回転強度の関係

昇温速度を 420°C/hr で一定とし、到達温度を変化させた場合 (⑩600, ⑪650, ⑫750, ⑬850°C) の回転強度の測定値を第 13 図に示した。同図には修正リンダー法による回転強度の測定値②も示したがこれについては後述する。

昇温速度が一定の条件では到達温度が高いほど還元率が高くなり、回転強度は低下している。この昇温還元試験の結果が前述の等温還元試験と比較して異なる点は高温域においても還元の進行に伴い、強度が大きく低下していることである。しかしながら、この昇温還元試験によって得られた回転強度は低温域でマグネタイト段階までの還元を対象とした等温還元試験によって得られた回転強度よりは高くなっている。この現象は昇温還

元試験においては低温域での還元反応があまり進行しないことから理解される。

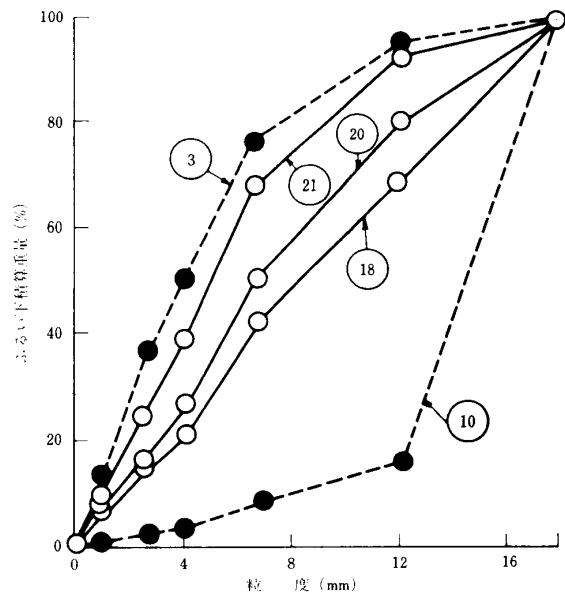
この試験によると高炉内のように温度が変化する環境の中におかれた試料の回転強度を推定することができる。なお、荷重の効果については等温還元試験について調べ、無視できることを確認している。

5.2 昇温速度と回転強度の関係

昇温到達温度を 750°C で一定にして、昇温速度を $420, 300, 150^{\circ}\text{C/hr}$ (⑬, ⑭, ⑮) に変化した場合の回転強度の測定値を第14図に示した。

同図には 550°C でマグネタイト段階までの還元および 750°C でウスタイト段階までの還元を対象とした等温還元試験の結果も比較のために示した。

昇温速度が遅いほど回転強度が低下する傾向を示している。この結果は昇温速度が遅いほど還元時間が長くなり到達還元率が高くなるためであると考えられ、特に、低温域での還元の進行が強度低下に強く寄与していると推察される。これは昇温速度が比較的速い⑬でも 750°C における等温還元試験の結果⑩よりも強度の低下が大きく、昇温速度の遅い⑮の場合には 550°C における等温還元試験の値より、わずかに高い強度を示していることから推察される。この試験法によると、高炉の操業速度が変化した場合の焼結鉱の炉内における強度を予知することができる。



第14図 昇温速度が回転強度に及ぼす影響

6. 昇温回転還元試験結果

修正リンダー法により測定された回転還元強度が第13図に示されている②。この結果は第10図に示した低温域 (550°C でマグネタイト段階までの還元③) での等温回転強度とほとんど一致している。修正リンダー法においては、低温域でマグネタイト段階までの還元が進行し強度が著しく低下したとき、還元と同時に進んでいる回転操作によって細粒化が強められる。したがって、修正リンダー法では回転強度は最低値が測定されることが予想される。この修正リンダー法と 550°C でマグネタイト段階までの還元による等温還元試験の結果がほとんど一致したことは焼結鉱の最低の強度を測定していると推察される。

城本ら²⁾ は実際の高炉内における装入物の粒度分布を推定するために荷重および摩耗の効果を重視した粉化試験を行なっているが、その結果と比較すると修正リンダー法により測定された回転強度は高炉内における焼結鉱の細粒化の状況を反映するものではないことがわかる。

7. 焼結鉱の還元強度試験法の検討

本研究においては等温還元試験、昇温還元試験および昇温回転還元試験を行なったが、それらの特徴をまとめてみるとつぎのようなことがいえる。

等温還元試験

- 1) 還元条件(温度, ガス濃度)が一定であるから昇温還元試験に比べて操作が簡単であり, 結果の再現性がすぐれている。
- 2) 温度が一定であるので炉を冷却する必要がなく, 連続して試験を行なう場合作業性が良い。
- 3) 低温域では強度の低下が大きいため検出度が高い。

4) 試験時間が比較的短く還元時間は 60 分で充分である。

昇温還元試験

1) 高炉内において装入物がうける温度およびガスの酸素ポテンシャルをシミュレートした条件での強度を測定できる。

2) 等温還元試験に比べ操作が複雑であり, 試験時間も長い。

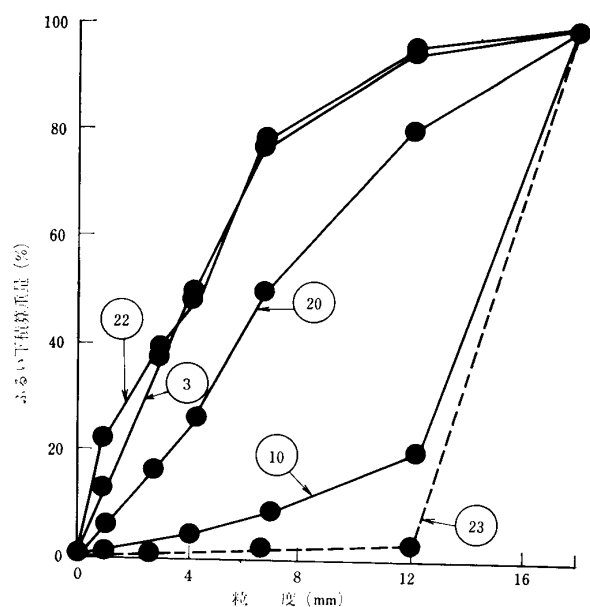
3) 連続して試験を行なう場合, 炉を冷却する必要があるため作業性が悪い。

昇温回転還元試験

1) 高炉内において装入物がうける温度, ガスの酸素ポテンシャルおよび機械的破壊の状況をシミュレートした条件での強度が測定できる。

2) 試験条件が複雑であり, 作業性が悪い。

焼結鉱の還元強度試験を行なう目的は2つある。第1は日常の生産活動における焼結鉱の品質管理あるいは鉄鉱石の銘柄間における還元強度の比較などであり, 第2は高炉の炉況を把握するため炉内における装入物の細粒化の状態を知ることである。



第15図 各種試験条件の特徴
②③: 未還元試料の常温回転強度

従来, 還元強度の測定法についてはリンダー法および低温域での等温還元試験法(ガスの酸素ポテンシャルは制御していない)が提唱されているが, 本研究において行なった還元強度試験によって明らかにされた各試験法の特徴に基づく, 第1の目的に対しては, 昇温還元および昇温回転還元試験は作業性の面において不利であり, 等温還元試験においても高温域で行なうと第15図の⑩に示したように強度があまり変化しないので検出性が悪い。したがって, 低温域においてガスの酸素ポテンシャルを制御した等温還元試験が検出度, 再現性および作業性から判断してすぐれている。なお, 同図には未還元の試料の常温回転強度も示した。ISO 鉄鉱石物理試験専門委員会では国際的に統一された鉄鉱石類の還元強度測定法を制定しようとしているがこの委員会では等温還元試験条件として 500°C で還元ガスは CO (20%), CO₂

(20%), N₂ (60%) を採用しようとしている。この試験条件は低温域でマグネタイト段階までの還元を行なわせるものであり, 本研究の結果と一致している。

第2の目的に対しては, 等温還元試験では必ずしも十分な評価ができないので作業性の面で多少不利な点はあるが昇温還元試験が適している。なお, いずれの場合にも還元処理と強度測定のための回転操作は別に行なうことが望ましい。

経済性を考慮すると, 還元強度試験に H₂-H₂O 系ガスを使用することが考えられる。これには試験時間およびガスの価格に関する有利さが考えられているが, 第12図から明らかのように試験時間は短縮することができない。しかしながら, 現状では CO ガスの価格に比べ H₂ ガスの価格は格段に安く毒性がないので, H₂-H₂O 系ガスの使用性についてはさらに検討する必要がある。

なお実際に試験を実施する際には, 還元強度に強く影響を及ぼす, 還元段階(ガス組成の制御), 還元率, 還元後の加熱などに特に注意を払う必要がある。

8. 結 言

還元処理と強度測定を分離して行なう等温還元試験と昇温還元試験ならびに還元処理と反応管の

回転を同時に行なう昇温回転還元試験の三種類の強度測定を行なうことができる試験装置を製作した。この装置を使って焼結鉱の還元強度の測定に対する試験法ならびに試験条件の検討を行なった。その結果つぎのことがわかった。

等温還元試験

- 1) 常温回転強度と高温回転強度はほとんど同じ値を示す。
- 2) 回転強度に及ぼす荷重、還元速度および還元後保持時間の影響はほとんどない。
- 3) 焼結鉱の還元強度は低温域（500～550℃）でヘマタイトからマグネタイトに還元される時にもっとも低下する。
- 4) 低温域でヘマタイトからマグネタイトに還元され強度が低下した焼結鉱は高温に加熱保持することによって強度が回復する。
- 5) 焼結鉱の還元強度は還元の進行に伴い低下する。
- 6) 還元ガスとして H_2-H_2O 系ガスを使用しても $CO-CO_2$ 系ガスと比べて還元時間を短縮することはできない。

昇温還元試験

- 1) 昇温速度一定で昇温到達温度を高くすると還元強度は低下する。
- 2) 昇温到達温度一定で昇温速度を低下させると還元強度は低下する。

昇温回転還元試験

この方法による還元強度は低温域におけるヘマタイトからマグネタイトまでの還元を対象とした等温還元試験における還元強度とほとんど同じであった。

上述の試験結果に基づくと、生産プロセスにおける焼結鉱の品質管理あるいは鉄鉱石類の銘柄間の強度の比較には低温域における等温還元試験法が再現性、検出性、作業性の面ですぐれているので適当である。他方、高炉内における焼結鉱の状況を把握するには等温還元試験では不十分であり昇温還元試験が妥当である。

上記のいずれの場合においても還元ガスの酸素ポテンシャルの制御および還元処理と反応管の回転操作を分離することが必要である。なお、製作した装置は焼結鉱の回転強度測定において良好な性能を持っていることがわかった。

本研究の遂行にあたり、新日本製鉄㈱広畑製鉄所から試料の御提供を賜った。ここに厚くお礼申し上げます。また、X線回折による試料の分析にご協力いただいた当所守屋香技官に感謝の意を表します。